

УДК: 621.384.8

## **АНАЛИЗ СИСТЕМ ПОДГОТОВКИ И ВВОДА ПРОБ МАСС-СПЕКТРОМЕТРОВ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗОТОПНОГО СОСТАВА ГЕКСАФТОРИДА УРАНА**

*А.В.Сапрыгин, В.А.Калашников, Ю.Н.Залесов, А.Ю.Ковалев  
Уральский элетрохимический комбинат  
624130, Новоуральск Свердловской обл., Дзержинского, 2  
vak@ueip.ru*

Система подготовки и ввода проб (СПВП) гексафторида урана входит в состав газового масс-спектрометра и предназначена для отбора проб из технологических потоков и различных отборников, как в автоматическом, так и в ручном режимах. Специфические свойства гексафторида урана обуславливают определенные требования к конструкционным особенностям СПВП.

В данной статье проведен анализ преимуществ и недостатков различных схем СПВП, реализованных на масс-спектрометрах для изотопного анализа гексафторида урана: МИ-1201, МАТ 281 и МТИ-350Г.

Система подготовки и ввода проб гексафторида урана (СПВП ГФУ) входит в состав масс-спектрометра МТИ-350Г, разработанного на основе технического задания на ОКР "Разработка масс-спектрометрического оборудования и организация его выпуска для оснащения предприятий отрасли. Разработка масс-спектрометра для изотопного анализа урана в газовой фазе", утвержденного 08.09.99 первым заместителем министра Российской Федерации по атомной энергии Ивановым В. Б. Проведен анализ преимуществ и недостатков схем СПВП масс-спектрометров МИ-1201, МАТ 281, МТИ-350Г.

Проектирование СПВП масс-спектрометра МТИ-350 Г осуществлялось на основе опыта эксплуатации СПВП, разработанной и изготавливаемой в ЦЗЛ УЭХК (назовем ее для краткости СПВП МИ-1201) и СПВП масс-спектрометра МАТ 281 (Finnigan МАТ). Проанализируем указанные схемы с целью выявления основных преимуществ и недостатков с тем, чтобы понять

концепцию построения вакуумной схемы СПВП МТИ-350 Г.

Оговорим сразу ограничения, которые накладываем на рассматриваемые СПВП, а именно, это будут лабораторные варианты (т.е. отбор пробы осуществляется из пробоотборников, а не из технологических линий) с рабочим диапазоном по содержанию урана-235 (диапазон содержания урана-235 в пробах, которое может быть измерено на масс-спектрометре) от 0,7 % до 5 %.

### **1. Схема СПВП МИ-1201**

СПВП МИ-1201 представлена на рис. 1. Нормативные документы по измерению изотопного содержания в ГФУ устанавливают ряд ограничений на процедуру измерений, в частности, на максимальную разницу давлений в системах стандартных образцов (СО) и проб, на максимальное отличие содержания урана-235 в пробе и СО, с которым проводятся измерения изотоп-

ного состава проб ("рабочим" СО) и т.д. Если говорить о максимальном отличии содержания урана-235 в СО и пробе, то она определяется, главным образом, фактором памяти, величина которого в начале 80-х годов (время разработки рас-

сматриваемой схемы) составляла 2+4 %. Поэтому для обеспечения рабочего диапазона измерений по урану-235 следовало устанавливать на СПВП 11+12 СО и, соответственно, по 2 восьми-клапанных натекателя.

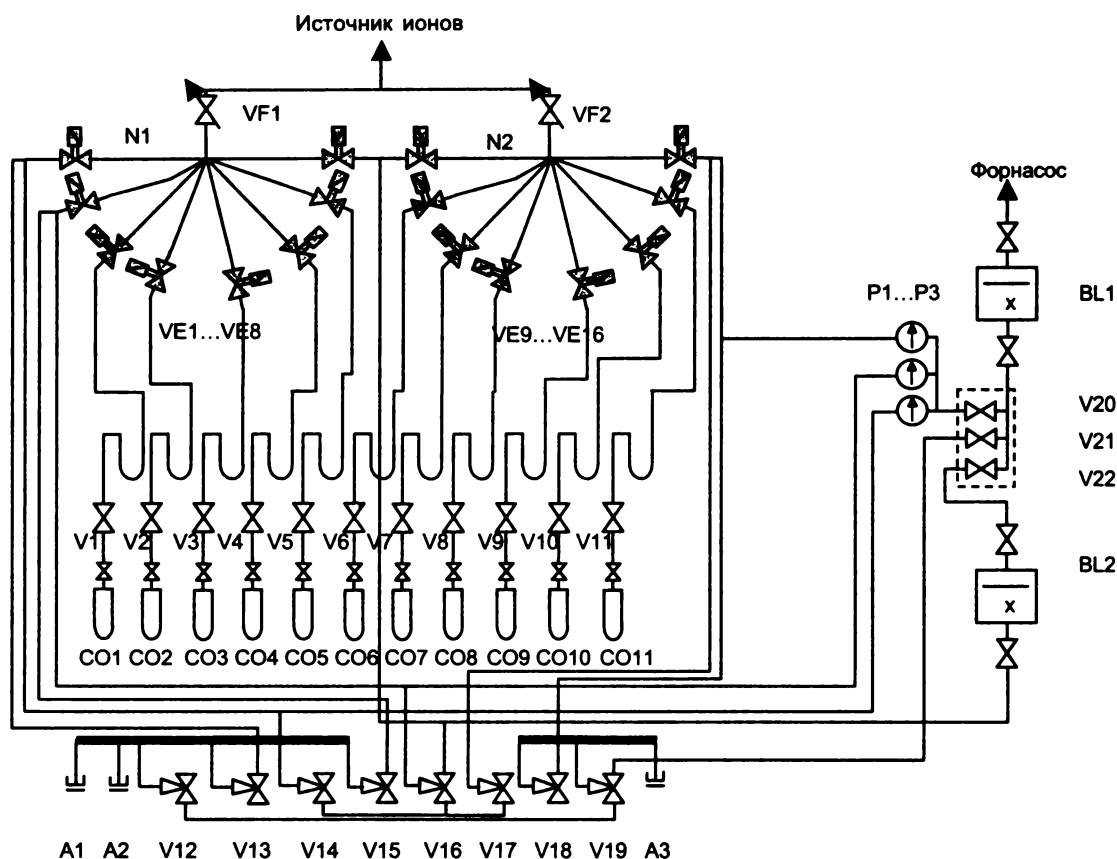


Рис.1. Вакуумная схема СПВП масс-спектрометра МИ-1201

К безусловному достоинству обсуждаемой схемы СПВП следует отнести лишь ее оснащение натекателями с электромагнитными клапанами. Если говорить только о СПВП, то именно эти элементы позволили осуществить процедуру измерений в автоматическом режиме.

Однако, данная схема СПВП имеет ряд недостатков, которые особенно очевидны с позиций сегодняшнего дня:

➤ **Возможность смешивания ГФУ различной концентрации в натекателе.** Во время работы на уплотняющей поверхности наконечников клапанов накапливаются посторонние твердые частицы, которые препятствуют качественному уплотнению. Следствием недостаточного уплотнения клапана будет либо смешивание ГФУ различной концентрации, что приведет к искажению результатов измерений, либо откачка ГФУ во время анализа в ловушку BL2 (при нарушении уплотнения на клапане

откачки), что приведет к повышенному расходу пробы.

➤ **Ухудшение условий эвакуации ГФУ из подигольного объема вследствие вымерзания паров воды в ловушке BL1.** При откачке атмосферного воздуха из узла подключения пробоотборника через ловушку BL1, проходное сечение последней существенно уменьшается по причине вымерзания паров воды, содержащихся в откачиваемом воздухе. Следствием такой "закупорки" ловушки будет недостаточная откачка ГФУ из натекателей и увеличение фактора памяти, что скажется на качестве измерений.

➤ **Трудоемкость процедуры выравнивания давлений в линиях пробы и СО.** При отсутствии каких-либо датчиков давления в системах напуска СО выполнение требования равенства давлений ГФУ в пробе и СО контролируется по напуску урана-238 пробы и СО. Такая методика трудоемка и не слишком точна по причине инер-

ционности системы "отборник - электромагнитный клапан - игольчатый клапан - камера анализатора - система регистрации". Самым инерционным элементом в ней, разумеется, является игольчатый клапан.

➤ **Трудоемкость при работе с клапанами V1÷V19.** Клапаны V1÷V11 имеют резьбовой привод. В силу этого оператор при работе с ними должен совершать многократные вращательные движения маховиком. Кроме того, качество уплотнения зависит от мускульной силы оператора. Клапаны V12÷V19 – с рычажным приводом и эксплуатация их менее трудоемкая, т.к. при работе рычаг перемещается рукой оператора на 90° относительно его оси. Однако, как и в предыдущем случае качество уплотнения зависит от опыта оператора: при излишнем усилии наконечники клапанов, изготовленные из фторопласта, быстро выходят из строя.

➤ **Смена порций ГФУ СО осуществляется через общий объем натекателя.** При необходимости смены порций ГФУ СО включают последовательно электромагнитный клапан на выбранной системе СО и клапан откачки на том же натекателе. При этом, разумеется, весь ГФУ, содержащийся в системе СО, проходит через общий объем натекателя, загрязняя его.

➤ **Нерациональная компоновка СПВП.** Как правило, устройства схемы размещались на отдельном столике, а электронные блоки (вакуумметр, блок управления клапанами) – в аналитической стойке или стойке управления в зависимости от модели масс-спектрометра, что нерационально с точки зрения эргономики.

## 2. Схема СПВП масс-спектрометра МАТ 281

Схема СПВП (рис. 2) при внешней простоте практически лишена недостатков, если учитывать сегодняшние требования.

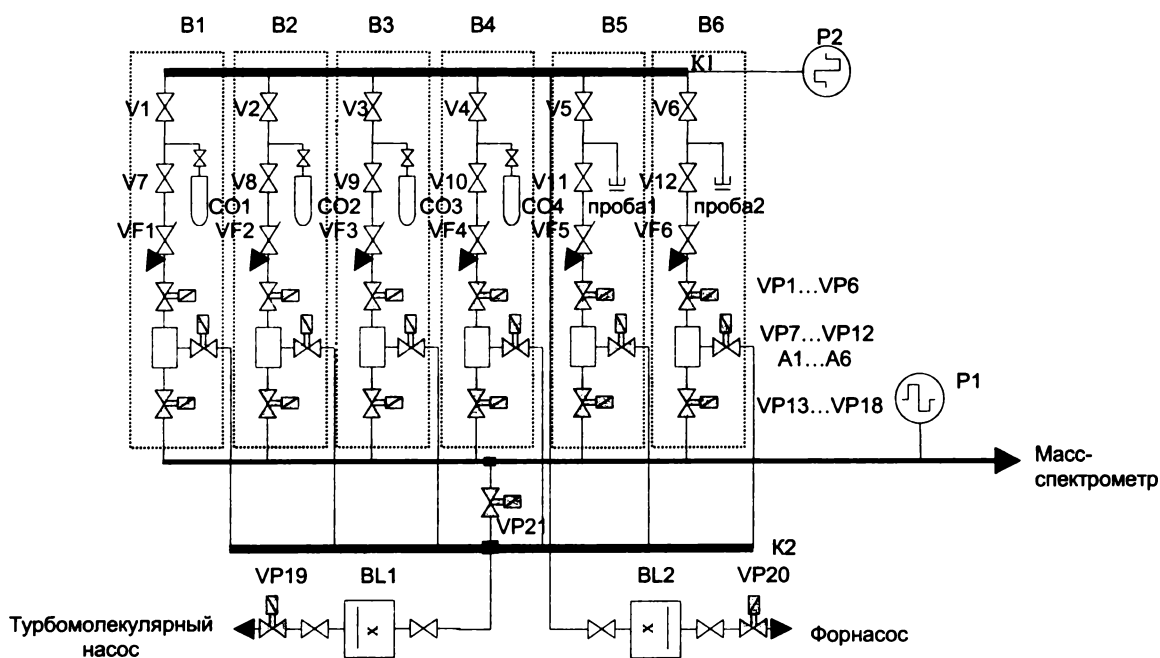


Рис.2. Вакуумная схема СПВП масс-спектрометра МАТ 281

Отметим наиболее важные преимущества данной схемы:

➤ **Модульный принцип построения.** Схема состоит из 6 одинаковых модулей B1÷B6, каждый из которых независим от другого и объединяют их только два коллектора для откачки ГФУ K1 и K2 и капилляр. Такой принцип построения позволяет достаточно просто изготавливать СПВП с любым количеством линий пробы и СО.

➤ **Малая вероятность смешивания ГФУ разного изотопного состава.** Из рис.2 следует,

что общим элементом, в котором возможно смешивание ГФУ, является капилляр. Но вероятность смешивания мала, поскольку, во-первых, по алгоритму, реализованному в программе измерений, в паузах между замерами осуществляется откачка ресиверов A1÷A6, а, во-вторых, для несанкционированного напуска ГФУ из какой-либо линии, например СО1, должны быть неисправными 2 клапана: VP1 и VP13. Вероятность загрязнения наконечников упомянутых клапанов также небольшая в силу того, что они расположе-

ны в области низкого давления ГФУ (не более 0,1 мбар). По этой же причине не происходит заметных отложений соединений урана и на поверхности капилляра, соединяющего СПВП с масс-спектрометром.

➤ **Две независимые системы откачки.** На рис. 2 видны две линии откачки. Первая включает в себя ловушку BL1, клапан VP19, ТМН и предназначена для откачки ГФУ из капилляра и ресиверов А1+А6, т.е. из высоковакуумной области вакуумной схемы масс-спектрометра, вторая - ловушку BL2, клапан VP20, ФВН и предназначена для сброса атмосферного воздуха и порций ГФУ из форвакуумной области. Такое разделение системы откачки на две независимых линии позволяет проводить подготовку пробы (например, пробы 2) для анализа во время выполнения анализа пробы из другой линии (например, пробы 1).

➤ **Выравнивание давления ГФУ пробы и СО непосредственно в капилляре.** В схеме СПВП МАТ 281 практически реализован принципиально новый подход к процедуре выравнивания давления ГФУ в пробе и СО во время анализа. При напуске ГФУ в источник ионов (например, из канала В1) во время анализа контролируется величина выходного сигнала, соответствующего урану-238. По достижении выходным напряжением соответствующего УИТ некоторого значения, являющегося параметром программы, клапан VP1 закрывается. Таким образом осуществляется напуск ГФУ из любой линии и выравнивание происходит по величине напуска с точностью около 1 %.

➤ **Возможность контроля степени чистоты пробы непосредственно в капилляре.** При помощи вакуумметра Р1 измеряется давление в капилляре. Через интерфейс вакуумметр соединен с шиной компьютера и, таким образом, результаты измерения давления в капилляре доступны для считывания и обработки компьютером. При каждом напуске ГФУ в источник ионов определяется отношение интенсивности урана-238 к величине давления в капилляре. Указанное отношение можно использовать для контроля чистоты пробы и опыт эксплуатации МАТ 281 позволяет утверждать, что точность его определения составляет около 0,1÷0,2 %.

➤ **Предотвращение попадания ГФУ в ТМН и ФВН.** На каждой из двух линий откачки установлены клапаны, отсекающие насосы от ловушек. Во время измерений эти клапаны закрыты и открываются лишь тогда, когда большая часть эвакуируемого ГФУ уже сконденсирована в соответствующей ловушке.

➤ **Эргономичная конструкция клапанов с**

**ручным приводом.** Клапаны V1+V12 – рычажные самозажимные, т.е. управляются они при помощи малогабаритного рычага, а внутри сильфонной сборки установлена пружина, сила упругости которой, действуя на наконечник клапана, осуществляет уплотнение.

К недостаткам схемы следует отнести объединенную магистраль сброса атмосферного воздуха из узла подключения пробоотборников и порций ГФУ. В этом случае в ловушке BL2 образуются нерастворимые соединения урана, что нежелательно.

### 3. Схема СПВП масс-спектрометра МТИ-350 Г

Схема, представленная на рис. 3 лишена большинства недостатков своей предшественницы (см. рис. 1).

Это достигнуто путем реализации следующих конструкторских решений:

➤ **Две независимых линии откачки.** Первая состоит из ловушки BL1 и магниторазрядного насоса NM и предназначена для откачки ГФУ из капилляра между восьмиклапанным натекателем и эмиттером устройства молекулярного ввода. Вторая включает в себя ловушки BL2, BL3 и ФВН и предназначена для откачки атмосферного воздуха, для эвакуации ГФУ из подигольного объема и для сброса ГФУ из линий пробы или СО.

➤ **Эргономичная конструкция клапанов.** Специально для МТИ-350 Г была разработана конструкция самозажимного клапана с рычажным приводом (подобно конструкции клапана, используемого на МАТ 281). Такие клапаны установлены в блоках А6+А12.

➤ **Смена порций СО осуществляется помимо натекателя.** Специально для этой цели предназначены блоки клапанов А8+А12.

➤ **СПВП выполнена в виде отдельной стойки.** Подобно МАТ 281 на отдельной стойке размещены как элементы механических конструкций, так и электронные блоки, необходимые для ее обслуживания.

Вместе с тем, не все из задуманного удалось реализовать на практике:

➤ **Устройство ввода** В качестве такового по-прежнему остался восьмиклапанный натекаТЕЛЬ со всеми его недостатками (возможность смешивания ГФУ разного изотопного состава, интенсивное загрязнение подигольного объема).

➤ **Тяжелые условия эксплуатации магниторазрядного насоса.** Если говорить об односменной работе масс-спектрометра, то в проме-

жутке между сменами магниторазрядный насос отсекается от откачной магистрали соответствующим клапаном, т.к. жидкий азот из сосуда Дьюара в паузе между сменами полностью испаряется.

В начале следующей смены приходится очень аккуратно открывать насос, чтобы не допустить его перегрузки. Как вариант решения этой проблемы – замена магниторазрядного насоса на ТМН.

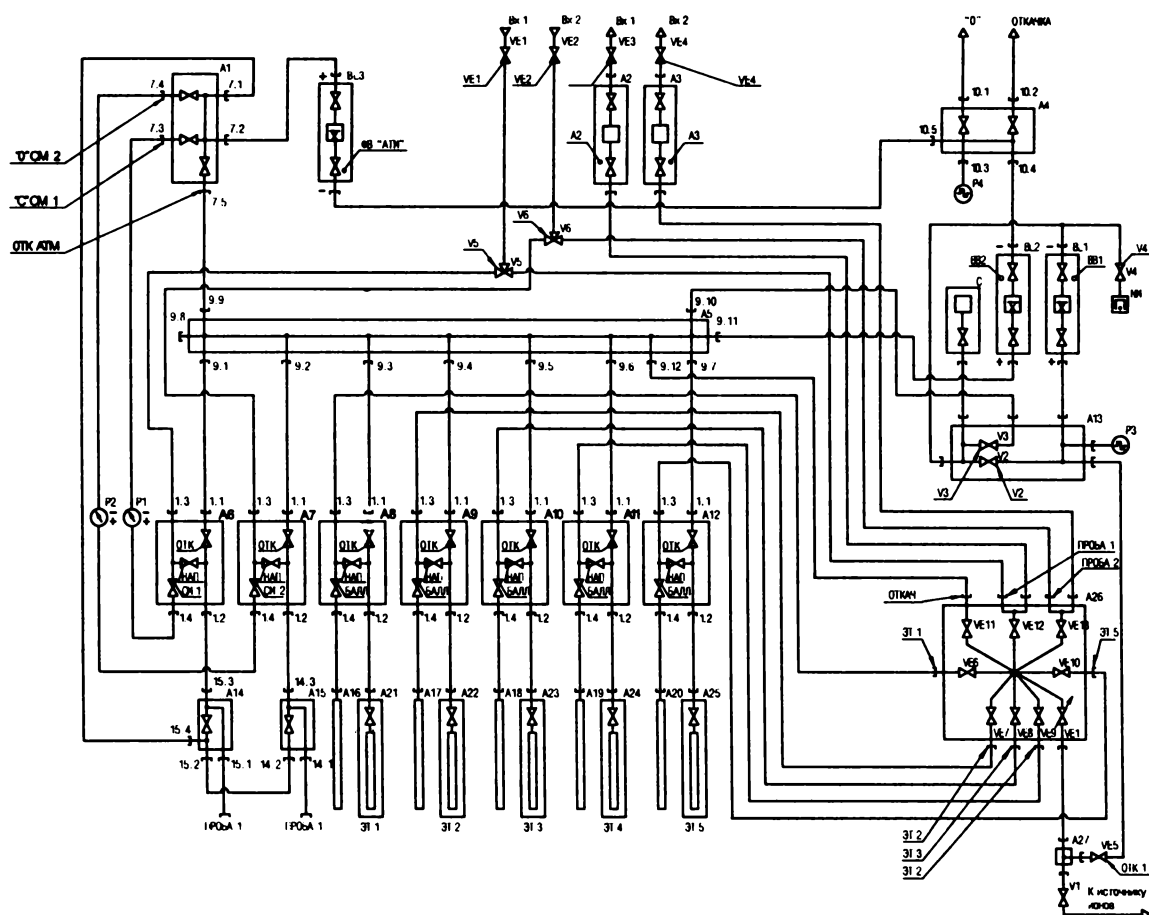


Рис.3. Вакуумная схема СПВП масс-спектрометра МТИ-350F

## Выводы

Рассматривая сегодняшний день как некоторый промежуточный этап разработки СПВП, попытаемся определить ближайшие перспективы развития СПВП. Очевидно, что все работы по совершенствованию этого элемента масс-спектрометра, как и всего прибора в целом, должны проводиться с целью повышения надежности и степени автоматизации процедуры измерений изотопного состава проб ГФУ. Что означают эти требования применительно к СПВП?

➤ **Замена устройства ввода ГФУ.** Традиционное устройство ввода ГФУ, в качестве которого много лет выступает натекаль (в частном случае восьмиклапанный), является элементом, требующим регулярного обслуживания в силу оговоренных ранее причин. Кроме того, схема СПВП с натекалем обязывает оператора выравнивать давления ГФУ в пробе и СО вручную и если не исключает

полностью, то усложняет возможность проведения этой процедуры в автоматическом режиме.

➤ **Оптимизация обслуживания ловушек.** Существующие схемы СПВП требуют постоянного контроля уровня жидкого азота в сосудах Дьюара, в которые погружены ловушки. Контроль уровня и пополнение в случае необходимости осуществляется обслуживающим персоналом. Видны два пути решения данной проблемы: оснастить СПВП устройством автоматической заливки жидкого азота или изготовить ловушку, принцип действия которой основан, например, на свойствах некоторых материалов (сорбентов) поглощать ГФУ и не требует охлаждения жидким азотом.

➤ **Включение в схему датчика для измерения давления ГФУ в капилляре.** Наличие такого датчика и соответствующего вакуумметра позволило бы оценивать чистоту вводимого в источник ионов ГФУ программным путем.

➤ **Замена магниторазрядного насоса на ТМН.** При обсуждении схемы СПВП для МТИ-350Г этот вопрос рассматривался. Здесь же хотелось бы подчеркнуть, что наличие ТМН в составе масс-спектрометра позволило бы исключить из схемы устройство разгона (сорбционного насоса для предварительной откачки камеры анализатора), поскольку его функции и с лучшим качеством мог бы выполнять ТМН.

В заключение хотелось бы сказать следующее. Масс-спектрометр – это наукоемкий прибор, при-

бор высоких технологий. В нем органически сочетаются как новейшие достижения в различных отраслях науки, так и передовые технологии изготовления и обработки материалов. Такая характеристика справедлива для любого элемента схемы масс-спектрометра, в том числе и для СПВП. Дальнейшее совершенствование СПВП, будет определяться уровнем квалификации и научного кругозора разработчиков и уровнем развития производства. Только на такой основе можно создавать конкурентноспособные приборы.

\* \* \* \* \*

---

**ANALYSIS OF SAMPLE PREPARATION AND INLET SYSTEMS IN MASS-SPECTROMETERS DESIGNED FOR DETECTION OF URANIUM HEXAFLUORIDE ISOTOPE CONTENT**

*A.V.Saprygin, V.A.Kalashnikov, Yu.N.Zalesov, A.Yu.Kovalyov*

*UF<sub>6</sub> sample preparation and inlet system (SPIS) is an integral part of gas mass-spectrometer, designed for sampling from production lines and different sample containers both manually and automatically. Specific properties of UF<sub>6</sub> determine certain design specification of sample preparation and inlet system.*

*The paper performs review on advantages and disadvantages of various SPIS embodied into MS used for UF<sub>6</sub> isotope measurements, i.e. MI 1201, MAT 281 and MTI 350G.*

---